

PAT-NO: JP359076504A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 59076504 A
TITLE: PRODUCTION OF REVERSE OSMOTIC MEMBRANE

JP-59-76504
A

PUBN-DATE: May 1, 1984

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
KAWAI, WASABURO	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
AGENCY OF IND SCIENCE & TECHNOL	N/A

APPL-NO: JP57186370

APPL-DATE: October 22, 1982

INT-CL (IPC): B01D013/04

US-CL-CURRENT: 210/500.35

ABSTRACT:

PURPOSE: To produce easily a reverse osmotic membrane in one stage by impregnating a mixture of a unifunctional monomer and a bifunctional monomer in a porous backing membrane and subjecting the same to photopolymn.

CONSTITUTION: A mixture of a unifunctional monomer (e.g.; 2-dimethylaminoethyl methacrylate) contg. a photopolymn. initiator and a bifunctional monomer (e.g.; ethylene glycol dimethacrylate) is impregnated in a porous backing membrane. A high pressure mercury vapor lamp is advantageously used for irradiation of said mixture; for example, in the case of a 100W high pressure mercury vapor lamp, the material is irradiated from a transparent film side at 10□15cm distance to initiate immediately polymn. whereby the monomers in the porous backing membrane is easily polymerized and the intended reverse osmotic membrane is obtd. A photosensitizer such as, for example, 2,2-diethoxy acetophenone or the like is used as the photopolymn initiator and a porous high polymer film such as, for example, a porous PP film is used as the porous backing membrane, respectively.

COPYRIGHT: (C)1984,JPO&Japio

DERWENT-ACC- 1984-143896
NO:

DERWENT- 198423
WEEK:

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Reverse osmosis membrane mfr. - includes impregnating porous support with mixt. of monofunctional monomer, initiator and di:functional monomer

PATENT-ASSIGNEE: AGENCY OF IND SCI & TECHNOLOGY[AGEN]

PRIORITY-DATA: 1982JP-0186370 (October 22, 1982)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 59076504 A	May 1, 1984	N/A	004	N/A
JP 90005446 B	February 2, 1990	N/A	000	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 59076504A	N/A	<u>1982JP-0186370</u>	October 22, 1982

INT-CL (IPC): B01D013/04, B01D061/02 , C08F291/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 59076504A

BASIC-ABSTRACT:

Process comprises impregnating porous support membrane with a mixt. consisting of monofunctional monomer contg. photopolymerisation initiator and difunctional monomer, and irradiating light onto the porous support to allow the monomer to polymerise. Monofunctional monomer is acrylic monomer having hydrophilic group and the porous support membrane is of porous plastic film.

Process is simple, and the handling and operation are easy. Loss of monomer starting material is reduced. In an example to 1 cc of 2-dimethylaminoethyl methacrylate was added a given amt. of 4-methacryloyloxychalcone or ethylene glycol dimethacrylate and 0.02 cc of 2,2-diethoxyacetophenone to prepare a mixed soln. of monomers. The soln. was impregnated with a porous polypropylene membrane, and the membrane was put between a PTFE plate and transparent polypropylene film. Light generated from a 100 W high pressure mercury lamp was irradiated for 10 min over the surface of the transparent polypropylene film in the distance of 15 cm. After the conclusion of the irradiation, the membrane was heated.

CHOSEN- Dwg.0/0
DRAWING:

TITLE-TERMS: REVERSE OSMOSIS MEMBRANE MANUFACTURE IMPREGNATE POROUS SUPPORT
MIXTURE MONOFUNCTIONAL MONOMER INITIATE DI FUNCTION MONOMER

ADDL-INDEXING-TERMS: POLYMETHACRYLATE POLYACRYLIC PTFE POLY TETRA FLUOROETHYLENE
POLYPROPYLENE@

DERWENT-CLASS: A18 A88 D15 J01

CPI-CODES: A04-B01; A04-D01; A04-F01; A10-B06; A11-B05C; A12-W11A; D04-A01D; J01-C03;

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: ; 0658S

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0229 0248 0502 3062 2020 2066 2068 2102 2116 2122 2344 2413 2427 2432 2437 2513 2536
2653 2726 3270 1165 0029 1172 0210 0231 0947 2595 2751

Multipunch Codes: 014 03- 034 041 046 050 074 077 081 130 132 231 27& 294 353 355 371 376 398 428 431 435
438 443 473 477 491 51& 52& 575 595 623 624 679 688 691 014 03- 034 041 046 050 074 077
080 081 130 133 231 27& 294 353 355 371 376 398 428 431 435 438 443 473 477 491 51& 52&
575 595 623 624 679 688 691 014 04- 041 046 050 062 064 087 371 376 435 516 523 623 629
688 723

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1984-060977

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—76504

⑤ Int. Cl.³
B 01 D 13/04

識別記号

庁内整理番号
C 7430—4D

④ 公開 昭和59年(1984)5月1日

発明の数 1
審査請求 有

(全 4 頁)

⑭ 逆浸透膜の製造方法

川西市湯山台 1 丁目69—19

① 特 願 昭57—186370

⑦ 出 願 人 工業技術院長

② 出 願 昭57(1982)10月22日

⑧ 指定代理人 工業技術院大阪工業技術試験所
長

⑬ 発 明 者 河合和三郎

明 細 書

1. 発明の名称 逆浸透膜の製造方法

2. 特許請求の範囲

1 光重合開始剤を含んだ一官能性単量体と二官能性単量体の混合物を多孔性支持膜に含浸させ、これに光を照射して単量体を重合させることを特徴とする逆浸透膜の製造方法。

2 一官能性単量体が親水性基を有するアクリル系単量体である特許請求の範囲第1項記載の方法。

3 多孔性支持膜が多孔性プラスチックフィルムである特許請求の範囲第1項記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、逆浸透膜の製造方法、さらに詳しくは、単量体を多孔性支持膜中に含浸させ光重合させることにより一段で逆浸透膜を製造する方法に関するものである。

従来、逆浸透用複合膜は、逆浸透性を示す重合体を製造し、これを多孔性膜にキャストする方法で一般に製造されている。この方法は単量体をつたえ重合させて逆浸透性を有する重合体を合成

し、再沈でん、精製したのち、溶媒に溶解させてキャストイング溶液を調製し、これを支持膜上へ塗布し乾燥するもので、多くの煩雑な工程を必要とするものである。

本発明者は、このような従来の煩雑な工程を必要としない簡略な逆浸透膜の製造法について研究を重ねた結果、逆浸透性重合体形成用単量体を多孔性支持膜に含浸させ光重合させることにより容易に製造しうることを見出した。

すなわち、本発明は、光重合開始剤を含んだ一官能性単量体と二官能性単量体の混合物を多孔性支持膜に含浸させ、これに光を照射して単量体を重合させることを特徴とする逆浸透膜の製造方法を提供するものである。

本発明の方法に用いられる好ましい一官能性単量体としては、例えば2-ジメチルアミノエチルメタクリレート、アクリル酸、メタアクリル酸、N,N-ジメチルアクリルアミド、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸等の親水性基を有す

るアクリル系単量体を挙げるができるが、その他光重合性を示す一官能性単量体も、もちろん使用可能である。また、二官能性単量体としては、例えばエチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート、4-メタクリロイルオキシカルコン、N,N-(2-ヒドロキシ-3-メタクリロイルオキシプロピル)ピペラジン等を挙げることができる。

これら一官能性単量体と二官能性単量体の使用割合は、逆浸透により排除すべき塩の種類や濃度により適宜選択されるが、二官能性単量体の量が多すぎると膜透過流束が小さくなり、少なすぎると溶存塩類の排除率が低くなり、逆浸透膜の性能が低下するので好ましくなく、通常二官能性単量体は一官能性単量体に対し、0.5~1.5%の範囲量が有利に用いられる。また、一官能性単量体は単一成分でもよいし2成分以上を組み合わせて使用することができ、二官能性単量体も同様に1種又は2種以上を組み合わせて使用できる。

また、これら単量体中に含有せしめる好ましい

好ましくなく、好都合なものは透明なポリプロピレンフィルム、ポリエチレンフィルム、フッ素化エチレン-プロピレン共重合体フィルムなどである。

光照射は、通常高圧水銀灯が有利に使用され、例えば100Wの高圧水銀灯では、10~15cmの距離で透明フィルム側から光照射させると直ちに重合がはじまり、多孔性高分子支持フィルム中の単量体は容易に重合体を形成する。この光照射処理は数分~数十分程度の比較的短時間に完了するが、好ましくは光照射後に例えば100~110℃程度の温度で3~10分間熱処理される。熱処理後、カバーした透明フィルムをはがして容易に逆浸透性複合膜を得ることができる。

本発明の方法においては、前記のように親水性基を有する一官能性単量体が有利に使用されるので、例えばN,N-ジメチルアミノエチルメタクリレートのような塩基が重合体中に導入されているときは塩酸水溶液に浸し、またアクリル酸を用いたような場合には水酸化ナトリウムの水溶液に浸

光重合開始剤としては、例えば2,2-ジエトキシアセトフェノン、ベンゾイン、ベンゾフェノン、ベンゾインイソプロピルエーテル、2,2-ジメトキシ2-フェニルアセトフェノン等の光増感剤を挙げるができる。このうち、液状の上記単量体類に溶解し得る2,2-ジエトキシアセトフェノンが特に好都合である。

本発明方法に用いられる多孔性支持膜は、多孔性の膜状物であつて、例えば多孔性ポリプロピレンフィルムのような多孔性高分子フィルムが有利に使用される。本発明においては、このような多孔性支持膜に、まず光重合開始剤を含有させた単量体混合液を含浸し、好ましくは空気非接触条件下に光照射して単量体を重合させるが、例えばフッ素樹脂板に多孔性高分子フィルムを載せ、これに単量体混合液を含浸させたのち、その上を透明なフィルムで覆い、次いで例えばローラーなどで上側からしごくように空気を追い出して密着させ、光照射処理される。空気を遮断するための透明なフィルムは、単量体に溶解、膨潤などする素材は

すなどして高分子塩にすることが好ましく、このような処理により透水性を向上させることができる。

本発明の方法は、従来の逆浸透膜の製造方法におけるようなはん雑な工程がなく、取扱いや操作が極めて容易であり、しかも単量体のロスを大幅に減少させることができるので工業的に有利である。また、本発明の方法により得られる逆浸透膜は、従来の逆浸透膜の有する溶存塩排除率、例えば0.3%塩化ナトリウム水溶液に適用した場合の排除率70~80%程度に匹敵する逆浸透性能を有し、充分実用に供しうるものである。

本発明の方法により得られた逆浸透膜は、従来品と同様にかん水の淡水化、無機塩水溶液からの脱塩水の製造に有用であり、またイオン交換膜として使用することもできる。

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。

実施例1

2-ジメチルアミノエチルメタクリレート(DAEMA

と略記する)の1.0ccに所定量の二官能性単量体すなわち4-メタクリロイルオキシカルコン(MC)又はエチレングリコールジメタクリレート(EG)及び光重合開始剤として、2,2-ジエトキシアセトフェノン(EAP)0.02ccを混合して単量体混合液を調製した。この液を多孔性ポリプロピレン膜(Celgard 2400、疎水性、直径7.5cm)に含浸させ、その含浸膜をテフロン板と透明ポリプロピレンフィルムに挟み、透明ポリプロピレンフィルムの上からハンドローラーでしごくようにして空気を追い出し密着させた。次いで、100 W 高圧水銀灯により15cmの距離から透明ポリプロピレン膜に向つて10分間光照射を行い、照射後、110℃で3分間熱処理を施し、水中で膜をはがした。得られた複合膜を稀塩酸水溶液(濃塩酸2ccを10ccの水で希釈した水溶液)に浸漬して一夜放置した。この段階でジメチルアミノ基は塩酸塩の形になり、膜はいくらか膨潤して広がった。水で十分洗滌した後、この膜をAbcor RO-3型逆浸透計(180cc容量)を用い、0.3%の塩化ナトリ

ウム水溶液を用いて逆浸透実験を行った。操作圧は70Kg/cm²、有効膜面積は30.2cm²である。

MC又はEGの使用量を変えて製造した種々の逆浸透膜について得た結果を第1表に示す。また、二官能性単量体を添加しない膜を同様に製造し、その測定値を表中に併記した。

表 1

実験 番号	仕込んだ単量体		光重合開始剤 (EAP)	塩 排除率(%)	流 束 (ℓ/h·r·m ²)
	DAEMA	二官能性単量体			
1	1.0ml	MC: 20mg	0.02 cc	74	3.6
2	1.0ml	MC: 150mg	0.02 cc	64	6.6
3	1.0ml	MC: 40mg	0.02 cc	76	3.3
4	1.0ml	EG: 0.04 ml	0.02 cc	75	2.3
5	1.0ml	なし		~0	83.4
6	1.0ml	EG: 0.08 ml	0.02 cc	82	1.3

実施例 2

実施例1において、2-ジメチルアミノエチルメタクリレートの代りにアクリル酸を用い、二官能性単量体及び光重合開始剤(EAP)を混合して多孔性膜に含浸し、実施例1と同様にして光重合膜を作成した。この膜を5%カセイソーダ水溶液に30分間浸せきし、塩の形にすると膨潤して膜は広がった。十分水洗した後、この膜をカットして逆浸透計にかけ塩排除率及び流束を測定した。その結果を第2表に示す。

なお、表中の二官能性単量体は、N,N-(2-ヒドロキジー-3-メタクリロイルオキシプロピル)ビペラジンである。

表 2

実施 番号	仕込んだ単量体		光重合開始剤 (EAP)	塩 排除率 (%)	流 束 ($\ell/\text{hr}\cdot\text{m}^2$)
	アクリル酸	二官能性単量体			
7	1.0 ml	bp: 20 mg	0.02 ml	46	4.1
8	1.0 ml	EG: 0.04 ml	0.02 ml	47	4.1
9	1.0 ml	EG: 0.08 ml	0.02 ml	57	5.1

実施例 3

2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸 0.21g、MC 0.02g を N,N-ジメチルアクリルアミド 2 cc に溶解させ、その一部を取り、実施例 1 と同様にして多孔性ポリプロピレン膜中で光重合させ、逆浸透膜を作成した。0.3% 塩化ナトリウム水溶液に対する塩排除率は 70 Kg/cm の操作圧で 67%、流束は $0.73 \ell/\text{hr}\cdot\text{m}^2$ であった。

特許出願人 工業技術院長 石 坂 誠 一

指定代理人 工業技術院大阪工業技術試験所長

内 藤 一 男